МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения йодного числа

ГОСТ 5475—69

Vegetable oils.
Methods for determination of iodine value

ОКСТУ 9141

Дата введения 1970—01—01

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает методы определения йодного числа.

Йодное число — условная величина, характеризующая содержание в 100 г растительного масла непредельных соединений, выраженная в граммах йода, эквивалентного состоящему из галогенов реагенту, присоединившемуся к маслу.

Обозначение единицы йодного числа — гI_2/100 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб производят по ГОСТ 5471.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДНОГО ЧИСЛА РАСТВОРОМ БРОМИСТОГО НАТРИЯ И БРОМА В МЕТИЛОВОМ СПИРТЕ (метод Кауфмана)

2.1. Аппаратура и реактивы

Для проведения определения должны применяться следующие аппаратура и реактивы:

колбы Кн-1—500—29/32 по ГОСТ 25336, Кн-2—500—34(40,50) по ГОСТ 25336 с пришлифованными пробками и колбы Кн-1—750—29/32 (34/35, 45/40) по ГОСТ 25336, Кн-2—750—34 (40,50) с пришлифованными пробками;

стаканы Н-2—250 по ГОСТ 25336;

стаканчики СВ-14/8 по ГОСТ 25336;

бюретки вместимостью 25 и 50 см^3;

пипетки вместимостью 10, 15, 20 см^3;

колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3;

цилиндры измерительные по ГОСТ 1770;

капельницы 1—5 по ГОСТ 25336;

воронки В-100—150 ХС по ГОСТ 25336;

ступки фарфоровые по ГОСТ 9147;

весы лабораторные по ГОСТ 24104, класса точности 2, с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы с таким же классом точности;

весы лабораторные по ГОСТ 24104, класса точности 3 или 4, с наибольшим пределом взвешивания 200 или 500 г, или другие весы с таким же классом точности;

метанол-яд (спирт метиловый) по ГОСТ 6995, перегнанный над окисью кальция;

кальция окись по ГОСТ 8677, ч.д.а.;

натрий бромистый;

бром по ГОСТ 4109, х.ч.;

калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч., кристаллический и бесцветный раствор с массовой долей 10 %;

gost.e-ecolog.ru

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), ч. д. а., раствор концентрацией c ($Na_2S_2O_3$)=0,1 моль/дм^3 (0,1 н.);

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;

йод по ГОСТ 4159, ч. д. а., дважды возогнанный;

хлороформ (трихлорметан) по ГОСТ 20015, свежеперегнанный;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %;

кислота салициловая;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. Среднюю пробу масла тщательно перемешивают и отливают достаточную для испытания часть в коническую колбу. Если масло мутное, колбу с маслом нагревают в термостате до 70 °С и фильтруют при этой же температуре через бумажный фильтр.

2.2.2. Натрий бромистый высушивают в термостате при 130 °С до порошкообразного состояния, периодически перемешивая. После охлаждения порошок используют для приготовления раствора Кауфмана.

2.2.3. *Приготовление бесцветного раствора йодистого калия*

Если раствор йодистого калия имеет слегка желтоватую окраску (что свидетельствует о наличии свободного йода или йодата калия в растворе йодистого калия), к нему добавляют по каплям раствор концентрацией c ($Na_2S_2O_3$) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.) до полного обесцвечивания раствора.

2.2.4. *Очистка йода*

К 10 г йода добавляют 1 г йодистого калия и 2 г прокаленной окиси кальция. Смесь быстро растирают в чистой ступке и переносят в чистый, хорошо высушенный стакан. Сверху стакан закрывают чистой круглодонной колбой, совершенно сухой снаружи, но наполненной холодной водой для лучшего охлаждения. Стакан слабо нагревают, йод при этом возгоняется и оседает на дне колбы в виде кристаллов.

После охлаждения стакана снимают колбу и счищают чистой стеклянной палочкой кристаллы йода в бюксу.

Полученный йод вторично возгоняют, но без добавления йодистого калия.

2.2.5. *Приготовления раствора бромистого натрия и брома в метиловом спирте (раствор Кауфмана)*

140 г бромистого натрия растворяют в 1 дм^3 метилового спирта. Раствор хорошо встряхивают и оставляют стоять на 24 ч, периодически перемешивая. По истечении указанного срока раствор фильтруют через бумажный фильтр, в прозрачный раствор добавляют 5,1 см^3 брома и перемешивают встряхиванием. Через 10—15 мин раствор готов к употреблению. Раствор Кауфмана приготовляют в вытяжном шкафу.

2.2.6. *Приготовление раствора концентрацией с ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.)*

25 г тиосульфата натрия растворяют в 1 дм^3 свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды. К полученному раствору добавляют 0,2 г углекислого натрия и оставляют его в темном месте на 14 суток. По истечении указанного времени устанавливают массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия в г/см^3 следующим образом.

В бюксу с хорошо пришлифованной крышкой помещают около 2 г йодистого калия и растворяют его в 3—4 см^3 дистиллированной воды. Растворение йодистого калия сопровождается сильным понижением температуры и бюкса снаружи покрывается влагой. Отбирают бюксу фильтровальной бумагой и выдерживают ее в весовом шкафу 15—20 мин, после чего взвешивают на весах класса точности 2 с записью результата до четвертого десятичного знака.

0,4 г йода взвешивают на весах 3 или 4-го класса точности с записью результата до второго десятичного знака и переносят его в бюксу с раствором йодистого калия. Бюксу быстро закрывают крышкой и снова точно взвешивают. Прибавка в массе дает количество йода, взятое для устранения установления массовой концентрации раствора тиосульфата натрия в г/см^3.

После полного растворения йода бюксу опускают в коническую колбу с пришлифованной пробкой, куда предварительно наливают 200—250 см^3 дистиллированной воды. Перед опусканием крышку бюксы снимают и опускают ее также в колбу с водой. Закрыв колбу пробкой, раствор тщательно перемешивают, после чего быстро титруют приготовленным раствором тиосульфата до тех пор, пока раствор не окрасится в соломенно-желтый цвет. Далее в колбу добавляют 2—3 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до полного обесцвечивания раствора.

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия (T) в г йода вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески йода, г;

V — объем испытуемого раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование раствора йода, см^3.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое из трех параллельных определений.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,00005.

Коэффициент пересчета массовой концентрации приготовленного раствора на точно 0,1 н. концентрацию (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{T_{ср}}{0{,}01269},$$

где $T_{ср}$ — среднее арифметическое из трех параллельных определений массовой концентрации раствора тиосульфата натрия;

0,01269 — номинальное значение массовой концентрации раствора тиосульфата натрия c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2.7. *Приготовление раствора крахмала*

1 г растворимого крахмала, взвешенного на технических весах, растирают в ступе в кашицу с 3—5 см^3 дистиллированной воды. Приготовленную смесь вливают в 100 мл кипящей воды и кипятят в течение 2 мин. После охлаждения раствор должен быть прозрачным.

Для увеличения стойкости при хранении к готовому раствору крахмала добавляют 0,12—0,13 г салициловой кислоты.

2.3. Проведение испытания

Таблица 1

Значение йодного числа, г I_2/100 г	Масса пробы масла, г
От 5 до 20 включ.	1,0
Св. 20 » 50 »	0,6
» 50 » 100 »	0,3
» 100 » 150 »	0,2
» 150 » 200 »	0,15
» 200	0,10

В коническую колбу с пришлифованной пробкой вносят пробу масла, массу которой определяют по табл. 1 в зависимости от предполагаемого значения йодного числа. Пробы взвешивают на весах класса точности 2 с записью результата до четвертого десятичного знака.

Навеску растворяют в 10 см^3 хлороформа, затем из бюретки приливают 20 см^3 раствора Кауфмана. Колбу с реакционной смесью закрывают пробкой, осторожно перемешивают содержимое вращением и ставят в темное место при температуре около 20 °С для настаивания. Время настаивания устанавливают в зависимости от предполагаемой величины йодного числа:

для масел с йодным числом менее 100—1 ч,

для масел с йодным числом более 100—1,5 ч.

По истечении указанного времени в колбу приливают пипеткой 10—15 см^3 раствора йодного калия и 50—60 см^3 дистиллированной воды. Выделившийся йод оттитровывают раствором концентрацией c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) до получения соломенно-желтой окраски. После этого прибавляют 1—2 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до полного исчезновения синей окраски.

Одновременно в тех же условиях ставят контрольный опыт (без навески масла).

2.4. Обработка результатов

Йодное число (X) в процентах йода вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}01269 \cdot K \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора концентрацией c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), пошедший на титрование в контрольном опыте, см^3;

V_2 — объем раствора концентрацией c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), пошедший на титрование в основном опыте, см^3;

K — поправка (коэффициент пересчета) к массовой концентрации раствора c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.);

0,01269 — номинальное значение массовой концентрации раствора тиосульфата натрия c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.);

m — масса масла, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое из двух параллельных определений.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 1 % от величины йодного числа.

2.3, 2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДНОГО ЧИСЛА ЙОДНО-РТУТНЫМ РАСТВОРОМ (метод Гюбля)

3.1. Аппаратура и реактивы

Для проведения испытания должны применяться аппаратура и реактивы, указанные в п. 2.1 со следующим дополнением:

ртуть хлорная (сулема), ч. д. а.;

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. Подготовку средней пробы масла производят согласно п. 2.2.1.

3.2.2. *Приготовление йодно-ртутного раствора (раствор Гюбля)*

25 г йода растворяют в 500 см^3 этилового спирта; 30 г сулемы растворяют в 500 см^3 этилового спирта. Оба раствора хранят в отдельных склянках из темного стекла с притертыми пробками и смешивают в равных объемах за 48 ч до начала определения (так как массовая концентрация свежеприготовленного раствора йодистой ртути в г/см^3 быстро меняется). При необходимости раствор сулемы перед смешиванием фильтруют.

Раствор Гюбля должен быть приготовлен смешением в таком количестве, которое необходимо для разового использования.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Проведение испытания

В конической колбе с пришлифованной пробкой взвешивают пробу масла на весах класса точности 2 с записью результата до четвертого десятичного знака, приливают 10 см^3 хлороформа и осторожно взбалтывают содержимое колбы до полного растворения жира. Затем из бюретки приливают точно 25 см^3 раствора Гюбля. Колбу закрывают пробкой, смоченной раствором йодистого калия, во избежание улетучивания йода. После осторожного перемешивания вращением колбу оставляют в темном месте при температуре около 20 °С. Время настаивания испытуемого масла с раствором Гюбля и величину навески устанавливают в зависимости от предполагаемой величины йодного числа по табл. 2.

По окончании настаивания в колбу с испытуемым маслом приливают 15—20 см^3 раствора йодного калия и 100 см^3 дистиллированной воды, смесь взбалтывают и титруют раствором концентрацией c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) до получения слабо-желтой (соломенной) окраски. После этого прибавляют 1—2 см^3 1 %-ного раствора крахмала с массовой долей 1 % и продолжают титрование до полного исчезновения синего окрашивания.

Таблица 2

Значение йодного числа, г I_2/100 г	Масса пробы масла, г	Время настаивания, ч
От 5 до 20 включ.	1,0	6
Св. 20 » 50 »	0,6	8
» 50 » 100 »	0,3	12
» 100 » 150 »	0,2	18
» 150 » 200 »	0,15	24
» 200	0,10	24

Одновременно в тех же условиях ставят контрольный опыт (без навески масла).

3.4. Обработка результатов по п. 2.4.

3.3, 3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДНОГО ЧИСЛА РАСТВОРОМ ХЛОРНОГО ЙОДА В ЛЕДЯНОЙ УКСУСНОЙ КИСЛОТЕ (метод Вийса)

4.1. Аппаратура и реактивы

Для проведения испытания должны применяться реактивы, указанные в п. 2.1, со следующим дополнением:

кислота уксусная по ГОСТ 61, ледяная, х. ч.;

углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288, ч. д. а.;

кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.;

кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор с массовой долей 25 %;

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч., насыщенный раствор;

известь хлорная по ГОСТ 1692 марки А;

йод треххлористый.

Кислота уксусная и углерод четыреххлористый не должны содержать окисляющих веществ.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Подготовка к испытанию

4.2.1. Подготовку средней пробы масла производят в соответствии с п. 2.2.1.

4.2.2. *Проверка реактива на отсутствие окисляющихся веществ*

2 $см^3$ реактива встряхивают в пробирке с 0,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и двумя каплями насыщенного раствора двухромовокислого калия. При этом не должно появляться зеленой окраски.

4.2.3. *Приготовление раствора хлористого йода в ледяной уксусной кислоте (раствор Вийса)*

Отвешивают 9 г треххлористого йода и растворяют в 1 $дм^3$ смеси, состоящей из 700 $см^3$ уксусной кислоты и 300 $см^3$ четыреххлористого углерода. После растворения определяют содержание галогена следующим образом: берут с помощью бюретки 5 $см^3$ приготовленного раствора в колбу, добавляют 5 $см^3$ раствора йодистого калия и 30 $см^3$ воды. Полученную смесь титруют раствором концентрацией c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.) в присутствии в качестве индикатора крахмала.

После установления массовой концентрации раствора галогена в г/$см^3$ к раствору добавляют 10 г йода и растворяют его при встряхивании.

Определяют снова содержание галогена, как было указано выше. Массовая концентрация раствора галогена в г/$см^3$ после добавления йода должна быть в 1,5 раза больше первого определения. Если повышение массовой концентрации меньше указанной величины, добавляют небольшое количество йода до тех пор, пока содержание его не будет превосходить установленный предел в 1,5 раза. Во избежание реакций замещения водорода необходимо, чтобы в растворе не оставалось следов треххлористого йода.

Дают раствору отстояться, затем декантируют прозрачный раствор в бутыль из коричневого стекла с пришлифованной пробкой.

При отсутствии треххлористого йода раствор Вийса может быть приготовлен следующим образом.

Растворяют 16 г йода в 1200 $см^3$ уксусной кислоты. Отмеряют с помощью бюретки точно 5 $см^3$ приготовленного раствора в коническую колбу, добавляют туда же 5 $см^3$ раствора йодистого калия, 30 $см^3$ дистиллированной воды и титруют пробу раствором концентрацией c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.) в присутствии нескольких капель раствора крахмала в качестве индикатора. Устанавливают таким образом содержание галогена в растворе. Затем отмеряют 1 $дм^3$ раствора и пропускают в него очищенный хлор до тех пор, пока массовая концентрация раствора по сравнению с предыдущим не увеличится почти вдвое. При этом окраска раствора переходит от темно-бурой в красновато-желтую. В приготовленном растворе не должно содержаться избытка свободного хлора, но необходим небольшой избыток йода. Поэтому, если массовая концентрация раствора после пропускания хлора равна или больше удвоенного первого значения, необходимо добавить остаток йодного раствора с таким расчетом, чтобы избыток йода составлял примерно 2 %. Раствор Вийса должен храниться в темном месте в склянке из коричневого стекла с хорошо пришлифованной пробкой.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2.4. *Приготовление растворов йодистого калия, тиосульфата натрия и крахмала производят в соответствии с п. 2.2.*

4.3. Проведение испытания

В колбе с пришлифованной пробкой взвешивают пробу масла на весах класса точности 2 с

записью результата до четвертого десятичного знака. Масса пробы масла определяется по табл. 1 в зависимости от предполагаемого значения йодного числа.

Навеску растворяют в 10 $см^3$ четыреххлористого углерода и добавляют из бюретки точно 25 $см^3$ раствора Вийса. Закрывают колбу пришлифованной пробкой, смоченной раствором йодистого калия (следить, чтобы следы раствора йодистого калия не попали в реакционную смесь). Перемешивают содержимое колбы осторожным вращением и помещают ее в темное место при 18—20 °С на час, если масла имеют йодные числа менее 150. Для масел с йодным числом выше 150, а также для полимеризованных и окисленных время выдерживания увеличивают до 2 ч.

По истечении указанного времени приливают 15 $см^3$ раствора йодистого калия и 100 $см^3$ дистиллированной воды. Встряхивают колбу и титруют содержимое раствором концентрацией c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/$дм^3$ до получения соломенно-желтой окраски. После этого приливают 1—2 $см^3$ раствора крахмала и продолжают титрование до полного исчезновения синей окраски.

Одновременно в тех же условиях ставят контрольный опыт (без навески масла).

4.4. Обработка результатов по п. 2.4.

4.3, 4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 10.06.69 № 671

3 ВЗАМЕН ГОСТ 5475—59

4 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	4.1	ГОСТ 5962—67	3.1
ГОСТ 83—79	2.1	ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 1692—85	4.1	ГОСТ 6995—77	2.1
ГОСТ 1770—74	2.1	ГОСТ 8677—76	2.1
ГОСТ 3118—77	4.1	ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 4109—79	2.1	ГОСТ 10163—76	2.1
ГОСТ 4159—79	2.1	ГОСТ 20015—88	2.1
ГОСТ 4204—77	4.1	ГОСТ 20288—74	4.1
ГОСТ 4220—75	4.1	ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 4232—74	2.1	ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 5471—83	1.1		

5 Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 02.11.92 № 1470

6 ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1983 г., сентябре 1987 г. (ИУС 7—83, 1—88)

gost.e-ecolog.ru